

ПРИМЕНЕНИЕ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ КРУЧЕНИЕМ

Макаров В.В., Куранова Н.Н.

Руководитель - профессор, д.ф.-м.н. Пушин В.Г.

Институт физики металлов, г. Екатеринбург

e-mail: pushin@imp.uran.ru

В настоящее время в физическом материаловедении сформировалось новое научное направление, в котором получение объемных наноструктурных конструкционных и функциональных материалов, в том числе и сплавов с памятью формы, обеспечивается методами интенсивной пластической деформации (ИПД). Способом, позволяющим достигать наиболее высоких степеней деформации на экспериментальных образцах различных металлов и сплавов (при сохранении их цельности), является интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) [1, 2].

Использованные ранее режимы ИПДК позволяют получать лишь небольшие дисковые образцы диаметром 5-10 мм и толщиной не более 0,3-0,4 мм. В настоящее время разработаны оригинальные методики (кручение в бойках с канавкой), позволяющие подвергать ИПДК большеразмерные образцы диаметром 20 мм и толщиной до 1 мм в условиях квазигидростатического давления до 6 ГПа.

Электронномикроскопические исследования проводили на сплаве $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ (поставляемом промышленной компанией Intrinsic Devices Inc., США), высокочистом по примесям, в Центре электронной микроскопии ИФМ УрО РАН. При комнатной температуре закаленный сплав имеет структуру В2-аустенита с размером зерен, варьирующимся в пределах 30-60 мкм.

В результате ИПДК на 1 оборот в центральной и краевой частях образца формируется сильно измельченная высокодефектная анизотропная полосовая субструктура. В центральной части длина и ширина полос составляет до 1000 и 250 нм, соответственно (рис. 1 в, г). В краевой части структура измельчается вдвое сильнее, длина полос до 500 нм, ширина полос - до 150 нм (рис. 1 а, б). Полосы имеют внутреннюю дислокационную субструктуру и высокую плотность дефектов, а также, особенно на периферии, содержат сильно разориентированные субзерна наномасштаба, менее 100 нм (см. рис. 1 а). Эти структурные особенности коррелируют с картинами микродифракции электронов, по данным которых в сплаве, особенно на периферии образцов присутствуют в основном высокодефектные и сильно разориентированные кристаллы В2-аустенита, а также следы В19'-мартенсита (рис. 1 б).

Рис. 1. Типичные электронномикроскопические изображения микроструктуры (а, в) и соответствующие картины микродифракции (б, г) сплава $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ после ИПДК на 1 оборот; край образца - а, б; центр - в, г

В результате увеличения числа оборотов n до 5 в образцах формируется аморфно-нанокристаллическая структура со значительной долей аморфной фазы.

Дальнейшее изменение структуры образцов сплава происходит после ИПДК на 7 оборотов. Уже не наблюдается полосовой характер морфологического распределения НК-зерен В2-фазы. Но средний размер зерен в центре дискового образца составляет около 50 нм. Напротив, в краевой части образца формируется уже практически аморфная структура со случайным распределением редко встречающихся изолированных нанокристаллических зерен В2 фазы (рис. 2 в, г). Средний размер зерен В2-фазы по темному полю составил 20 нм (рис. 2 д). Наряду с этим, в фольгах наблюдаются протяженные области, полностью состоящие из аморфной фазы (рис. 2 а). Соответствующие электронограммы, снятые с полностью аморфного и аморфно-нанокристаллического участков, представлены на рис. 2 б, г, е.

Рис. 2. Типичные примеры светло- (а, в) и темнопольного (д) электронномикроскопических изображений и соответствующих им микродифракционных картин (б, г, е) сплава $\text{Ti}_{49,4}\text{Ni}_{50,6}$ после ИПДК на 7 оборотов, край образца

Было также обнаружено, что доля более крупных нанозерен с удалением от центра всегда уменьшается и это, очевидно, обусловлено более высокой степенью деформации образцов в краевой части.

В результате выполненных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Применение новой схемы интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением (ИПДК) к сплаву $\text{Ti}_{49,4}\text{Ni}_{50,6}$ позволило значительно увеличить геометрические размеры сохраняемых образцов (диаметр до 20 мм, толщину до 1 мм) без каких-либо микродефектов (трещин и т.п.), тогда как традиционные режимы ИПДК позволяют получать дисковые образцы значительно меньших размеров: диаметром 5-10 мм и толщиной 0,2-0,3 мм.

2. В работе были установлены основные закономерности структурных и фазовых изменений, происходящих в сплаве $\text{Ti}_{49,4}\text{Ni}_{50,6}$ при ИПДК по разработанной методике в бойках с канавкой при различном числе оборотов и в разных областях объемных дисковых образцов. Уже после ИПДК на 1 оборот по выбранным режимам в никелиде титана происходит измельчение зеренной микроструктуры сплава до субмикро- и нанокристаллического состояния, сопровождаемое за счет размерного эффекта обратным переходом В19'-мартенсита в В2-аустенит, и затем начинается процесс аморфизации. С дальнейшим увеличением числа оборотов ИПДК объемная доля аморфной фазы увеличивается. Размер изолированных включений В2-нанозерен в конечном счете после ИПДК на 7 оборотов составил около 20 нм.

3. При ИПДК большеразмерных образцов по выбранным режимам с числом оборотов $n=5$ и 7 в краевой области и на расстоянии 0,5 радиуса в

образцах формируется похожая структура, с практически очень близким размером редко сохранившихся в аморфной фазе нанокристаллитов. В тоже время в центральной области зерна В2-аустенита остаются несколько более крупными и объемная доля аморфной фазы ниже.

Работа выполнена при частичной поддержке грантами РФФИ №07-03-96062, 08-02-00844.

Список литературы

1. V.G. Pushin, V. Brailovski, I.Yu. Khmelevskaya, S.D. Prokoshkin, V.G. Pushin, E.P. Ryklina, R.Z. Valiev // Phys. Met. Metallography, V. 97, Suppl 1, P.S3-S55, (2004).
2. Р.З. Валиев, И.В. Александров Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: Академкнига, (2007).